



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re: application of: Lydia Drews-Nicolai et. al. October 27, 2003

Serial No.: 10/638154 Group No.:

Filed: 08/08/03 Examiner:

For: Method for the surface treatment of a titanium dioxide pigment

6

COMMISSIONER OF PATENTS, ALEXANDRIA, VA 22313-1450

ALEXANDRIA, VA 22313-1450

SUBMISSION OF CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

11 Please accept the enclosed certified copy of a priority document for the above identified case. No additional fee is required. The required fees and any insufficiency or overage (except issue fees) may be debited or credited to deposit account 08/2240. A signed deposit account authorization is on file for this case.

CERTIFICATE OF MAILING UNDER 37 CFR 1.8(a)

16 I hereby certify that the following **attached** correspondence comprising:

Cover letter

Certified copy of priority document (14 pp)

Acknowledgment Card

is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to:

21 **Commissioner of Patents, Alexandria, VA 22313-1450** on October 27, 2003

Respectfully,

26

822 Pinesbridge Road,

Rodney T. Hodgson Agent # 37,849

Ossining, NY 10562.

Signature of person mailing paper or fee)

914-762-5248 (Fax 914-762-4126)

E-MAIL - patents@aip.org

31

24295

PATENT TRADEMARK OFFICE

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Bert Preute Doc
Cert for 10/638 154-



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 36 366.8

Anmeldetag: 8. August 2002

Anmelder/Inhaber: Kronos International, Inc., Leverkusen/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Oberflächenbehandlung eines Titan-dioxid-Pigments

IPC: C 09 C, D 21 H

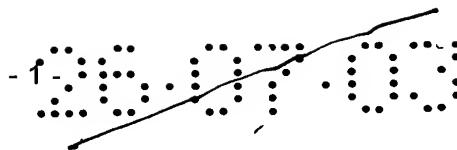
Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 30. Juli 2003
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

im Auftrag





Verfahren zur Oberflächenbehandlung eines Titandioxid-Pigments

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Oberflächenbehandlung eines Titandioxid-Pigments, ein Titandioxid-Pigment mit hoher Vergrauungsstabilität und hohem Deckvermögen und seine Verwendung bei der Herstellung von Dekorpapier.

Dekorpapier ist ein Bestandteil einer dekorativen Duroplastooberfläche, die vorzugsweise zur Veredlung von Möbeloberflächen und für Laminat-Fußböden eingesetzt wird. Als Lamine werden Schichtpress-Stoffe bezeichnet, in denen beispielsweise Holz und Papier mit Harz verpresst sind. Durch die Verwendung von speziellen Kunstharzen wird eine außerordentlich hohe Kratz-, Stoß-, Chemikalien- und Hitzebeständigkeit der Lamine erreicht.

Die Verwendung von Spezialpapieren (Dekorpapieren) ermöglicht die Herstellung dekorativer Oberflächen, wobei das Dekorpapier nicht nur als Deckpapier für unattraktive Holzwerkstoffoberflächen, sondern auch als Träger für das Kunstharz dient.

Zu den Anforderungen, die an ein Dekorpapier gestellt werden, gehören u.a. Deckvermögen (Opazität), Lichtechnik (Vergrauungsstabilität), Farbechtheit, Nassfestigkeit, Imprägnierbarkeit und Bedruckbarkeit.

Um die erforderliche Opazität des Dekorpapiers zu erzielen, ist ein Pigment auf Basis Titandioxid prinzipiell hervorragend geeignet. Bei der Papierherstellung wird in der Regel ein Titandioxid-Pigment bzw. eine Titandioxid-Pigment-Suspension mit einer Faser-Suspension vermischt. Die Wechselwirkungen der einzelnen Komponenten (Fasern, Pigment, Wasser) untereinander tragen zur Papierblattbildung bei und bestimmen die Retention des Pigments.

Unter Retention versteht man das Rückhaltevermögen aller anorganischen Stoffe im Papier bei der Herstellung.

Neben den Einsatzstoffen Pigment und Fasern kommen im allgemeinen auch Hilfs- und Zusatzstoffe zum Einsatz. Diese können die Wechselwirkungsmechanismen zwischen Fasern, Pigment und Wasser beeinflussen.

Für die Anwendung im Dekorpapier existieren eine Reihe von Titandioxid-Pigmenten. Neben den wichtigsten Eigenschaften wie Retention und Opazität (Deckvermögen) spielt die Vergrauungsstabilität eine entscheidende Rolle.

Es ist bekannt, dass Titandioxid photochemisch aktiv ist. Ein mit Titandioxid pigmentiertes Dekorpapier weist unter Einwirkung von UV-Strahlung in Gegenwart von Feuchte eine

zunehmende Vergrauung auf. Zur Vermeidung dieses Problems werden die Pigmente mit unterschiedlichen Stoffen oberflächenbehandelt, beispielsweise mit Al_2O_3 aquat. und einem farblosen Metallphosphat (US 3 926 660), mit Zinkphosphat (US 5 114 486), mit Cerphosphat und Aluminiumphosphat (GB 2 042 573) oder nur mit Aluminiumphosphat (EP 0 753 546 A2). In der DE 15 92 873 wird ein Verfahren zur Verbesserung der Pigment-Lichtbeständigkeit beschrieben, bei dem im Anschluss an die Beschichtung mit Magnesiumsilikat eine Glühung bei 600 °C stattfindet.

Ein TiO_2 -Pigment mit verbesserten Retentionseigenschaften, dessen Kern mit aufeinanderfolgenden Schichten von Aluminiumoxidphosphat, Aluminiumoxid und Magnesiumoxid überzogen ist, wird in der EP 0 713 904 B1 vorgestellt.

Beim Einsatz von Pigmenten aus diesen Verfahren in Laminaten geht allerdings eine Verbesserung in der Opazität einher mit einer Verschlechterung in der Vergrauungsstabilität.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein Verfahren anzugeben, mit dem Pigmente mit hohem Deckvermögen und gleichzeitig hoher Vergrauungsstabilität für den Einsatz in Dekorpapieren hergestellt werden können.

Die Aufgabe wird dergestalt gelöst, dass ein Titandioxid-Pigment einer Oberflächenbehandlung unterzogen wird, die durch folgende Verfahrensschritte gekennzeichnet ist:

- a) Herstellen einer wässrigen Suspension von Titandioxid-Grundkörper,
- b) Zugabe einer Phosphorverbindung,
- c) Zugabe einer Titanverbindung,
- d) Zugabe einer Aluminiumverbindung,
- e) Einstellen des pH-Werts der Suspension auf einen pH-Wert von 8 bis 10 bevorzugt 8,5 bis 9,5
- f) Zugabe einer Magnesiumverbindung,
- g) Stabilisieren des pH-Werts der Suspension im Bereich von 8 bis 10 bevorzugt 8,5 bis 9,5,
- h) Abtrennen des TiO_2 -Pigments durch Filtration, anschließendes Waschen, Trocknen und Mahlen des Pigments.

Weitere vorteilhafte Verfahrensvarianten sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Gegenstand der Erfindung ist also ein Verfahren zur Oberflächenbehandlung von Titandioxid-Pigmenten, das zu Pigmenten mit hohem Deckvermögen und hoher Retention und gleichzeitig hoher Vergrauungsstabilität führt, des weiteren ein Pigment mit diesen Eigenschaften und die Verwendung dieses Pigments bei der Dekorpapierherstellung.

Es hat sich überraschend gezeigt, dass durch die Zugabe einer Titanverbindung während der anorganischen Oberflächenbehandlung des Pigments mit Phosphor- und Aluminiumverbindungen sowohl eine hohe Opazität als auch eine sehr gute

5 Vergrauungsstabilität erreicht werden können.

Die Oberflächenbehandlung geht aus von einem TiO_2 -Grundkörper, vorzugsweise hergestellt nach dem Chloridprozess. Unter TiO_2 -Grundkörper versteht man das noch nicht nachbehandelte TiO_2 -Rohpigment. Der Grundkörper kann zunächst gemahlen werden, 10 beispielsweise in einem Nassmahlverfahren. Vorzugsweise wird bei der Nassmahlung ein Dispergiermittel zugegeben. Mit dem gemahlenen Grundkörper wird eine wässrige Suspension hergestellt. Diese Suspension kann basisch oder sauer eingestellt sein, bevorzugt wird von einer basischen Suspension ausgegangen mit einem pH-Wert von 9 bis 11. Das Verfahren wird bei einer Temperatur von unter 70 °C durchgeführt, bevorzugt bei 55

15 bis 65 °C.

Zu der Suspension wird eine Phosphorverbindung gegeben in einer Menge von 0,4 bis 6,0 Gew.-%, bevorzugt 1,0 bis 4,0 Gew.-% gerechnet als P_2O_5 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper. Besonders gute Ergebnisse werden mit P_2O_5 -Gehalten von 1,6 bis 2,8 Gew.-% bezogen auf Grundkörper erreicht. Geeignete Phosphorverbindungen sind vorzugsweise anorganische Phosphorverbindungen wie Alkaliphosphate, Ammoniumphosphat, Polyphosphate, Phosphorsäure oder gegebenenfalls Mischungen dieser Verbindungen. Es sind aber auch andere anorganische Phosphorverbindungen einsetzbar.

Des weiteren wird eine Titanverbindung zugegeben, z. B. Titanylulfat, Titanylchlorid oder eine andere hydrolysebare Titanverbindung oder Mischungen dieser Verbindungen. Die zugegebene Menge der Titanverbindung beträgt 0,1 bis 3,0 Gew.-% bevorzugt 0,1 bis 1,5 25 Gew.-% und insbesondere 0,1 bis 1,0 Gew.-% gerechnet als TiO_2 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper in der Suspension.

Nachfolgend wird eine Aluminiumverbindung sauren oder basischen Charakters in die Suspension gegeben. Besonders geeignet als saure Aluminiumverbindung ist 30 Aluminiumulfat, dies ist jedoch nicht als Einschränkung zu verstehen. Als alkalische Aluminiumverbindungen kommen Natriumaluminat, alkalisches Aluminiumchlorid, alkalisches Aluminiumnitrat oder andere alkalische Aluminiumsalze oder Mischungen dieser Verbindungen in Frage.

Üblicherweise wird man nach jeder Zugabe die Suspension etwa 30 min rühren, um eine 35 Homogenisierung zu erreichen. Es ist jedoch auch möglich, die Titanverbindung und die Aluminiumverbindung gleichzeitig zuzugeben.

Eine besondere Ausführung des Verfahrens besteht darin, dass parallel zur Aluminiumverbindung eine Säure oder Lauge oder eine zweite Aluminiumverbindung zugegeben wird, um den pH-Wert konstant im Bereich von 2 bis 10 bevorzugt im Bereich von 4 bis 9 und insbesondere im Bereich von 6 bis 8 zu halten. Bei einer besonders vorteilhaften Verfahrensvariante wird der pH-Wert durch die austarierte parallele Zugabe von Natriumaluminat und HCl gesteuert. Eine andere Verfahrensweise besteht darin, den pH-Wert durch eine gesteuerte Zugabe von Aluminiumsulfat und Natriumaluminat konstant zu halten.

Nachfolgend wird die Suspension auf einen pH-Wert von 8 bis 10 vorzugsweise 8,5 bis 9,5 eingestellt. Die Einstellung des pH-Werts nimmt der Fachmann in üblicher Art mit Hilfe entsprechender saurer oder alkalischer Verbindungen vor. Als Alkalien kommen dabei beispielsweise alkalische Aluminiumsalze wie Natriumaluminat, alkalisches Aluminiumchlorid, alkalisches Aluminiumnitrat oder Laugen wie Natronlauge oder Ammoniak oder eine Kombination dieser Alkalien zum Einsatz.

Die Gesamtmenge an Aluminium in der Suspension, eingetragen durch die verschiedenen Aluminiumverbindungen beträgt 2,0 bis 7,5 Gew.-% bevorzugt 3,5 bis 7,5 Gew.-% gerechnet als Al_2O_3 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper.

Anschließend wird 0,1 bis 1 Gew.-% bevorzugt 0,2 bis 0,5 Gew.-% einer Magnesiumverbindung gerechnet als MgO bezogen auf TiO_2 -Grundkörper zugegeben. Als Magnesiumverbindung eignen sich wasserlösliche Magnesiumsalze wie Magnesiumsulfat, Magnesiumchlorid und andere Magnesiumsalze sowie Mischungen dieser Verbindungen. Der pH-Wert soll bei 8 bis 10 bevorzugt bei 8,5 bis 9,5 gehalten werden, falls erforderlich mit Hilfe geeigneter alkalischer Medien.

Im Anschluss wird das nachbehandelte TiO_2 -Pigment durch Filtration von der Suspension abgetrennt und der entstandene Filterkuchen gewaschen.

Zur weiteren Verbesserung der Vergrauungsstabilität kann das Pigment zusätzlich mit Nitrat behandelt werden in einer Konzentration von bis 1,0 Gew.-% NO_3 im fertigen Pigment. Abschließend erfolgt die Trocknung und Mahlung des Pigments.

Das nach diesem Verfahren hergestellte Pigment zeigt gegenüber den Vergleichspigmenten im Laminat verbessertes Deckvermögen und verbesserte Vergrauungsstabilität sowie gute Retention und ist für den Einsatz im Dekorpapier hervorragend geeignet.

Beispiele:

Im folgenden ist die Erfindung beispielhaft beschrieben. Sofern nicht anders angegeben, beziehen sich die Mengenangaben auf Grundkörper TiO_2 in der Suspension.

Beispiel 1

Eine Suspension von Titandioxid aus dem Chloridprozess wird nach Sandmahlung mit einer TiO_2 -Konzentration von 400 g/l bei 60 °C mit NaOH auf einen pH-Wert von 10 eingestellt.

5 Unter Rühren werden der Suspension 2,4 Gew.-% P_2O_5 als Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung zugefügt. Die Zugabezeit beträgt 60 Minuten. Anschließend werden nach einer Rührzeit von 30 Minuten 0,2 Gew.-% TiO_2 in Form von Titanysulfat-Lösung zugegeben. Es folgt eine weitere Rührzeit von 30 Minuten. Der Suspension wird im nächsten Schritt innerhalb von 30 Minuten 2,7 Gew.-% Al_2O_3 als saure Aluminumsulfat-Lösung zugemischt.

10 Die saure Suspension wird nach einer Rührzeit von 30 Minuten mit Hilfe einer alkalischen Natriumaluminat-Lösung in der Menge von 3,7 Gew.-% gerechnet als Al_2O_3 auf einen pH-Wert von 9,0 eingestellt. Die Zugabezeit beträgt 40 Minuten. Im Anschluss an eine Rührzeit von 30 Minuten erfolgt die Zugabe von 0,5 Gew.-% MgO als Magnesiumsulfat-Lösung. Die Suspension wird nach 30 Minuten Rührzeit mit NaOH auf einen pH-Wert von 9 eingestellt.

15 Die nachbehandelte TiO_2 -Suspension wird nach einer weiteren Rührzeit von zwei Stunden filtriert und gewaschen. Die gewaschene Filterpaste wird nach Zugabe von 0,25 Gew.-% NO_3 als $NaNO_3$ bezogen auf TiO_2 -Pigment in einem Sprühtrockner getrocknet und anschließend dampfgemahlen.

20 **Vergleichsbeispiel 1**

Das Pigment wird in vergleichbarer Weise wie unter Beispiel 1 beschrieben hergestellt, außer dass Titanysulfat und Magnesiumsulfat nicht Bestandteile der Nachbehandlung sind.

Der sandgemahlenen TiO_2 -Suspension (400g/l TiO_2), die eine Temperatur von 60°C und einen pH-Wert von 10 aufweist, wird unter Rühren 2,4 Gew.-% P_2O_5 als Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung zugefügt. Der Suspension werden im nächsten Schritt 3,0 Gew.-% Al_2O_3 als saure Aluminumsulfat-Lösung zugemischt. Die saure Suspension wird mit Hilfe einer alkalischen Natriumaluminat-Lösung in einer Menge von 3,4 Gew.-% gerechnet als Al_2O_3 auf einen pH-Wert von 7,2 eingestellt. Die weitere Aufarbeitung (Filtrieren, Waschen, Nitratbehandlung, Trocknen, Mahlen) entspricht Beispiel 1.

25 30

Vergleichsbeispiel 2

Das Pigment wird in vergleichbarer Weise wie unter Beispiel 1 beschrieben hergestellt, außer dass Titanysulfat nicht Bestandteil der Nachbehandlung ist.

Der sandgemahlenen TiO_2 -Suspension (400g/l TiO_2), die eine Temperatur von 60°C und einen pH-Wert von 10 aufweist, wird unter Rühren 2,4 Gew.-% P_2O_5 als Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung zugefügt. Der Suspension werden im nächsten Schritt

2,6 Gew.-% Al_2O_3 als saure Aluminiumsulfat-Lösung zugemischt. Die saure Suspension wird mit Hilfe einer alkalischen Natriumaluminat-Lösung in der Menge von 3,0 Gew.-% gerechnet als Al_2O_3 auf einen pH-Wert von 9,2 eingestellt. Im Anschluss erfolgt die Zugabe von 0,5 Gew.-% MgO als Magnesiumsulfat-Lösung. Mit NaOH wird ein pH-Wert von 9 eingestellt.

5 Die weitere Aufarbeitung entspricht Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1.

Testmethoden

Die auf diese Weise hergestellten Titandioxid-Pigmente wurden in Dekorpapier auf Basis Melaminharz eingearbeitet und anschließend hinsichtlich ihrer optischen Eigenschaften und 10 Vergrauungsresistenz in verpressten Laminaten untersucht. Dazu wurde das zu prüfende Titandioxid-Pigment in Zellulose eingearbeitet und Blätter mit einem Blattgewicht von etwa 100 g/m² und einem TiO_2 -Massenanteil von etwa 40 % hergestellt.

a) Laminatherstellung (Labormaßstab)

15 Es wird eine 36,5 %ige wässrige Pigmentsuspension aus 146 g Titandioxid-Pigment und 254 Leitungswasser hergestellt. Für die Testung werden 30 g Zellstoff (ofentrocken) zugrunde gelegt. Die entsprechende Menge Pigmentsuspension wird an die Retention und den gewünschten Aschegehalt, hier 40 % \pm 1, bzw. das Flächengewicht, hier 100 g/m² \pm 1, angepasst. Die Vorgehensweise und die eingesetzten Hilfsstoffe sind dem Fachmann 20 bekannt.

Aschegehalt (Titandioxid-Gehalt) eines Blattes sowie Retention des Pigments werden anschließend bestimmt. Zur Bestimmung des Aschegehalts wird eine definierte Gewichtsmenge des hergestellten Papiers mit einem Schnellverascher bei 900 °C verascht. Über die Auswaage des Rückstands ist der Massenanteil an TiO_2 (entspricht dem 25 Aschegehalt) zu berechnen.

Unter Retention versteht man das Rückhaltevermögen aller anorganischen Stoffe im Papierblatt auf dem Sieb der Papiermaschine. Die sogenannte One-Pass-Retention gibt den prozentualen Anteil an, der beim einmaligen Beschickungsvorgang der Papiermaschine zurückgehalten wird. Der prozentuale Anteil der Asche bezogen auf den Massenanteil des 30 eingesetzten Pigments am Gesamtstoff der Suspension ergibt die Retention.

Die weitere Verarbeitung des Papiers umfasst die Imprägnierung und Verpressung zu Laminaten. Das zu beharzende Blatt wird in eine Harzlösung eingetaucht und für 25 Sekunden im Umlufttrockenschrank bei 130 °C vorkondensiert. Entsprechend erfolgt eine zweite Imprägnierung, wobei die Verweilzeit im Trockenschrank 110 Sekunden beträgt. Das 35 Blatt hat eine Restfeuchte von 4 bis 6 Gew.-%. Die kondensierten Blätter werden mit Phenolharz getränkten Kernpapieren, weißem und schwarzem Underlay-Papier zu

Presspaket zusammengelegt.

Bei dem Versuch bestand der Laminataufbau aus 9 Schichten: Papier, Papier, Kernpapier, Kernpapier, Gegenzug aus schwarzem Underlay, Kernpapier, Kernpapier, schwarz/weißes Underlay, Papier.

5 Das Pressen der Pakete erfolgt mit Hilfe einer Wickert Laminat-Presse Typ 2742 bei einer Temperatur von 140 °C und einem Druck von 90 bar für eine Presszeit von 300 Sekunden.

b) Testung

Die Messung der optischen Eigenschaften und der Vergrauungsstabilität der Laminate

10 erfolgte mit handelsüblichen Geräten (Spektralphotometer, Xenotestgerät).

Zur Beurteilung der optischen Eigenschaften von Schichtpress-Stoffen werden die Farbwerte (CIELAB L*, -a*, -b*) nach DIN 6174 mit Hilfe des ELREPHO® 3300-Farbmessgeräts über weißem und schwarzem Underlay bestimmt. Die Opazität ist ein Maß für die Lichtdurchlässigkeit oder Transmission des Papiers. Als Maß der Opazität der Laminate 15 wurden folgende Größen gewählt: CIELAB L*_{schwarz}, die Helligkeit der Laminate gemessen über schwarzem Underlay-Papier, und der Opazitätswert L [%] = $Y_{\text{schwarz}}/Y_{\text{weiß}} \times 100$, ermittelt aus dem Y-Wert gemessen über schwarzem Unterlay-Papier (Y_{schwarz}) und dem Y-Wert über weißem Underlay-Papier ($Y_{\text{weiß}}$).

Die Werte werden mit einem Spektralphotometer (ELREPHO® 3300) gemessen.

20 Zur Beurteilung der Vergrauungsstabilität (Lichtechtheit) der Titandioxid-Pigmente bzw. der Titandioxid-Pigmentmischungen werden die entsprechenden Laminatmuster in einem XENOTEST® 150S belichtet. Für die Beurteilung wird die Seite des Laminats, auf der zwei Papiere miteinander verpresst werden, gemessen. Es werden die Farbwerte CIELAB L*, a* und b* nach DIN 6174 vor und nach einer Dauer von 96 Stunden Belichtung im XENOTEST® 150S gemessen. Die Lichtquelle ist eine Xenon-Bogen-Lampe. Die Temperatur im Innenraum des Gerätes liegt bei 23 \pm 3 °C, die relative Feuchte bei 65 \pm 5 %. Die Proben werden im „Wendelauf“ belichtet. Als Maß für die Vergrauungsstabilität werden sowohl $\Delta L^* = L^*_{\text{vorher}} - L^*_{\text{nacher}}$ als auch $\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2}$ angegeben

30 Testergebnisse:

Die Testergebnisse für die mit dem erfindungsgemäßen Beispiel-Pigment und mit den Vergleichsbeispiel-Pigmenten 1 und 2 hergestellten Laminate sind in der Tabelle zusammengefasst. Alle drei Beispiele bzw. Vergleichsbeispiele sind auf gleiche Aschegehalte eingestellt.

35 Es zeigt sich, dass das mit dem erfindungsgemäßen Pigment hergestellte Laminat (Beispiel 1) sich sowohl durch hohe Opazität (L^*_{schwarz} und L) als auch durch hohe

Vergrauungsstabilität (ΔL^* und ΔE^*) auszeichnet. Die mit den beiden Vergleichspigmenten 1 und 2 hergestellten Laminate fallen dagegen entweder bei der Opazität (Vergleichsbeispiel 1) oder bei der Vergrauungsstabilität (Vergleichsbeispiel 2) signifikant ab. Auch die Retention konnte bei dem mit dem erfindungsgemäßen Pigment hergestellten Papier gegenüber

5 Vergleichsbeispiel 2 verbessert werden.

Tabelle

5	CIELAB Farbwerte über weiß				CIELAB Farbwerte über schwarz				Opazität	Aschegehalt (one-pass)	Retention [Gew.-%]	Vergrauungs- stabilität
	L*	a*	b*	L*	a*	b*	L [%]	[Gew.-%]				
10	Beispiel 1	93,1	-1,2	2,6	90,9	-1,3	0,5	94,1	40,4	74	1,0	1,5
	Vergleichs- beispiel 1	92,9	-1,2	2,8	90,2	-1,3	0,5	92,8	40,6	75	1,1	1,6
15	Vergleichs- beispiel 2	93,2	-1,2	2,5	90,9	-1,2	0,4	93,7	40,5	72	1,3	1,8

20 Bei allen Testungen betrug das Flächengewicht 100 g/m².

26.07.03

Zusammenfassung

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Oberflächenbehandlung eines Titandioxid-Pigments, ein Titandioxid-Pigment mit hoher Vergrauungsstabilität und hohem Deckvermögen und seine Verwendung bei der Herstellung von Dekorpapier.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Oberflächenbehandlung eines Titandioxid-Pigments gekennzeichnet durch folgende Schritte:
 - 5 a) Herstellen einer wässrigen Suspension von Titandioxid-Grundkörper,
 - b) Zugabe einer Phosphorverbindung,
 - c) Zugabe einer Titanverbindung,
 - d) Zugabe einer Aluminiumverbindung,
 - e) Einstellen des pH-Werts der Suspension auf einen Wert von 8 bis 10 bevorzugt 10 8,5 bis 9,5,
 - f) Zugabe einer Magnesiumverbindung,
 - 15 g) Stabilisieren des pH-Werts der Suspension im Bereich von 8 bis 10 bevorzugt 8,5 bis 9,5,
 - h) Abtrennen des TiO_2 -Pigments durch Filtration, anschließendes Waschen, Trocknen und Mahlen des Pigments
2. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die zugegebene Phosphorverbindung eine anorganische Phosphorverbindung ist.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, dass die anorganische Phosphorverbindung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Alkaliphosphaten, Ammoniumphosphaten, Polyphosphaten, Phosphorsäure und gegebenenfalls Mischungen dieser Verbindungen.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekennzeichnet, dass die Menge der zugegebenen Phosphorverbindung 0,4 bis 6,0 Gew.-% bevorzugt 1,0 bis 4,0 Gew.-% und insbesondere 1,6 bis 2,8 Gew.-% beträgt gerechnet als P_2O_5 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper in der Suspension.
- 30 5. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die zugegebene Titanverbindung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Titanylsulfat, Titanylchlorid und anderen hydrolysisierbaren Titanverbindungen sowie Mischungen dieser Verbindungen.

6. Verfahren nach Anspruch 1 oder 5 dadurch gekennzeichnet, dass die Menge der zugegebenen Titanverbindung 0,1 bis 3,0 Gew.% bevorzugt 0,1 bis 1,5 Gew.-% und insbesondere 0,1 bis 1,0 Gew.-% beträgt gerechnet als TiO_2 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper in der Suspension.
- 5
7. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die zugegebene Aluminiumverbindung entweder alkalischen oder sauren Charakter hat.
- 10
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 dadurch gekennzeichnet, dass während der Zugabe der Aluminiumverbindung der pH-Wert durch gleichzeitige Zugabe einer Säure oder Lauge konstant gehalten wird, wobei der pH-Wert im Bereich von 2 bis 10 liegt, bevorzugt im Bereich von 4 bis 9 und insbesondere im Bereich von 6 bis 8.
- 15
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 dadurch gekennzeichnet, dass bei Verfahrensschritt d) eine saure Aluminiumverbindung zugegeben wird und die Einstellung des pH-Werts gemäß Verfahrensschritt e) mit Hilfe einer alkalischen Aluminiumverbindung oder einer Kombination von einer alkalischen Aluminiumverbindung und einer Lauge erfolgt.
- 20
10. Verfahren nach Anspruch 7 und/oder Anspruch 9 dadurch gekennzeichnet, dass die alkalische Aluminiumverbindung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Natriumaluminat, alkalischem Aluminiumchlorid, alkalischem Aluminiumnitrat und anderen alkalischen Aluminiumsalzen sowie Mischungen dieser Verbindungen.
- 25
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1, 7, 8, 9 und 10 dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge der zugegebenen Aluminiumverbindungen 2,0 bis 7,5 Gew.-% bevorzugt 3,5 bis 7,5 Gew.-% beträgt gerechnet als Al_2O_3 bezogen auf TiO_2 -Grundkörper.
- 30
12. Verfahren nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass die zugegebene Magnesiumverbindung ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend

aus wasserlöslichen Magnesiumsalzen wie Magnesiumsulfat, Magnesiumchlorid und anderen wasserlöslichen Magnesiumsalzen sowie Mischungen dieser Verbindungen.

13. Verfahren nach Anspruch 1 oder 12 dadurch gekennzeichnet, dass
5 die Menge der zugebenen Magnesiumverbindung 0,1 bis 1,0 Gew.-% bevorzugt 0,2 bis 0,5 Gew.-% beträgt gerechnet als MgO bezogen auf TiO₂-Grundkörper in der Suspension.
14. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 13 dadurch
10 gekennzeichnet, dass das Pigment zusätzlich mit Nitrat behandelt wird, so dass das fertige Pigment bis zu 1,0 Gew.-% NO₃ (bezogen auf den TiO₂-Grundkörper) enthält.
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14 dadurch
15 gekennzeichnet, dass der Titandioxid-Grundkörper zunächst gemahlen wird.
16. Verfahren nach Anspruch 15 dadurch gekennzeichnet, dass
20 der Titandioxid-Grundkörper nass gemahlen wird und bei der Mahlung gegebenenfalls ein Dispergiermittel zugesetzt wird.
17. Oberflächenbehandeltes Titandioxid-Pigment erhältlich nach dem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 16.
18. Verwendung des oberflächenbehandelten Titandioxid-Pigments nach Anspruch 17 bei der Herstellung von Dekorpapier.